

- при больших значениях отношения $G_d/G_{вх}$, подача дополнительного воздуха в торцевую (донную) область канала уменьшает угол закрутки потока в области около тангенциального завихрителя и способствует снижению несимметричности радиального профиля полного давления;

- закрученный поток в канале является азимутально-неравномерным; подача дополнительного потока может служить эффективным средством гидродинамического воздействия на поток, изменения степени закрутки потока и теплообмена в канале;

- с увеличением расхода дополнительного воздуха потери полного давления в тангенциальном завихрителе и в канале возрастают; по длине канала относительные потери полного давления особенно заметно снижаются во второй половине канала.

Вивчено вплив термообробки при високих тисках в різних середовищах на структуру і властивості монокристалів сапфіра

Ключові слова: вплив, термообробка, структура, властивості, монокристали, сапфір

Изучено влияние термообработки при высоких давлениях в различных средах на структуру и свойства монокристаллов сапфира

Ключевые слова: влияние, термообработка, структура, свойства, монокристаллы, сапфир

The impact of thermal processing under high pressures has been studied, in different environments on the structure and properties of monocrystal sapphire

Key words: the impact of thermal processing, structure, properties of monocrystal sapphire

Литература

1. Щукин В.К., Халатов А.А. Теплообмен и гидродинамика закрученных потоков в осесимметричных каналах. – М.: Машиностроение, 1982. – 200 с.
2. Халатов А.А. Теория и практика закрученных потоков. – Киев: Наук. думка, 1989. – 192 с.
3. Hedlund C.R., Ligrani P.M. Local swirl chamber heat transfer and flow structure at different Reynolds numbers // Journal of Turbomachinery. – 2000. – Vol. 122.- P. 375-385.
4. Хэй Н., Вест П.Д. Теплообмен в трубе с закрученным потоком // Теплопередача. Сер.С. –1975. – №3. – С.100-106.

УДК 621.922.069:678

ВЛИЯНИЕ Р,Т-ОБРАБОТКИ НА СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛА САПФИРА

А.А. Шульженко

Доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник
Отдел технологии синтеза и спекания СТМ*

О.А. Розенберг

Доктор технических наук, профессор, заведующий отделом
Отдел перспективных ресурсосберегающих технологий механообработки инструментами из СТМ*

А.Н. Соколов

Кандидат технических наук, старший научный сотрудник
Отдел технологии синтеза и спекания СТМ*
*Институт сверхтвёрдых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины
ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074

1. Введение

Эндопротезирование суставов – очень точное хирургическое вмешательство, целью которого является

вернуть человеку подвижный безболезненный сустав, позволяющий вернуться к привычной жизни.

Идеальный эндопротез должен обладать теми же свойствами, которые присущи истинному сустав-

ному сочленению. Наиболее сложной проблемой, которая при этом должна быть решена, является достижение хорошего контакта между материалом и живой костью, что влияет на устойчивость и долговечность эндопротеза. Требуется также проблема переносимости имплантатов, функционирование которых связано с возникновением механических напряжений и износом. Отсюда вытекают повышенные требования к качеству эндопротеза, ответственные элементы которого должны обеспечивать требуемую точность формы в различных условиях эксплуатации при продолжительном времени работы. Удовлетворение этих требований возможно в результате применения нетрадиционных материалов, в том числе неметаллических, для изготовления искусственных суставов. Одним из таких материалов является сапфир.

Сапфир обладает уникальными свойствами, позволяющими изготавливать элементы сустава с высокой точностью и качеством рабочих поверхностей, не теряющих своих свойств при различных физических и химических воздействиях [1].

Однако при формировании рабочих поверхностей прецизионных деталей необходимо учитывать, что сапфир, как монокристалл, обладает ярко выраженными анизотропными свойствами, которые в частности оказывают влияние на прочностные характеристики материала. Поэтому актуальной является разработка специальных методов воздействия с целью улучшения эксплуатационных свойств изделий из сапфира, в частности, повышения их прочности и износостойкости.

Одним из таких методов воздействия является термообработка при высоких давлениях. Известно [2], что обработка высоким давлением открывает большие возможности направленного изменения структуры и свойств материалов в процессе их деформации. Это связано с тем, что у кристаллических тел высокое давление увеличивает пластичность: при одноосном растяжении (сжатии) разрушение наступает, как правило, после большей деформации, чем при атмосферном давлении. Положительное влияние давления на пластичность материалов связано с особенностями механизма пластической деформации под высоким давлением, формированием более совершенной субструктуры, задержкой развития до критического состояния и «залечиванием» дефектов строения (микротрещин и др.), имеющихся в исходном материале и возникающих в процессе деформации, особенностями протекания под давлением физико-химических процессов, фазовых и структурных превращений [3].

Цель настоящей работы заключалась в изучении влияния термообработки при высоких давлениях (р,Т-обработки) на свойства монокристаллов сапфира.

2. Материалы и методики

Образцы сапфира были изготовлены по технологии, разработанной в НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины (г. Харьков).

Термообработку образцов сапфира проводили в аппарате высокого давления типа тороид [4] при давлении

6,5–7,7 ГПа в интервале температур 1700–2000 К; продолжительность синтеза – 60–300 с. Давление и температуру в реакционном объеме определяли по известным методикам [5, 6]. Образцы в ячейке высокого давления находились в оболочках из порошков пирофиллита и гидрида титана.

Рентгеновские исследования по определению фазового состава продукта синтеза выполнили на дифрактометре ДРОН-3 в медном фильтрованном излучении. Фазовый анализ проводили с использованием специального комплекса программ, разработанных лабораторией физики металлов физического факультета Киевского национального университета имени Тараса Шевченко

Элементный анализ продукта синтеза выполнили на растровом электронном микроскопе ZEISS EVO 50XVP фирмы «ZEISS», укомплектованного энергодисперсионным анализатором рентгеновских спектров INCA450 с детектором INCAPentaFETx3 с рабочей площадью Si(Li) детектора 30 мм² и системой HKL CHANNEL-5 для дифракции отраженных электронов фирмы «OXFORD» [7].

Твердость определяли с помощью микротвердомера PMT с использованием в качестве индентора алмазной пирамиды Виккерса [8]. Величину твердости определяли по общепринятой формуле $HV = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2}$, где P – нагрузка на индентор; d – среднее арифметическое двух диагоналей отпечатка. Замеры твердости производили при нагрузке на индентор 9,8 Н. Величину диагоналей отпечатка измеряли с помощью оптического микроскопа «Неофот» при увеличении 800х.

3. Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены фрагменты рентгеновских спектров образцов сапфира после р,Т-обработки в различных средах, а в табл. 1 данные по периодам решеток.

Таблица 1

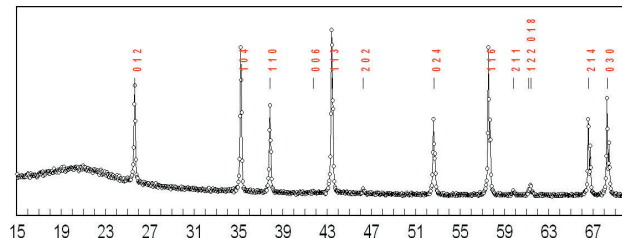
Периоды решетки исследованных образцов сапфира

Образец	Среда	Параметры р,Т-обработки			Периоды решетки	
		р, ГПа	Т, К	τ, с	а, нм	с, нм
Исходный					0,4780(4)	1,29873(13)
После р,Т-обработки	пирофиллит	7,7	2000	60	0,47579(4)	1,29887(11)
После р,Т-обработки	пирофиллит	6,5	1750	240	0,47579(3)	1,29879(8)
После р,Т-обработки	гидрид титана	6,5	1650	300	0,47580(5)	1,29869(14)

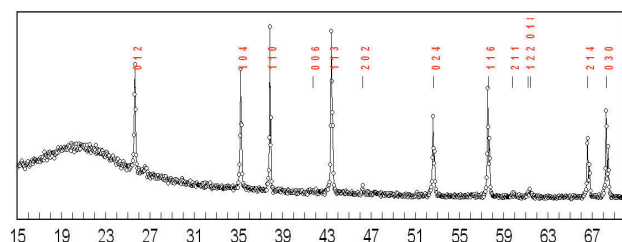
Как следует из полученных данных, выбранные режимы р,Т-обработки образцов не оказывают замет-

ного влияния на периоды кристаллической решетки образцов сапфира.

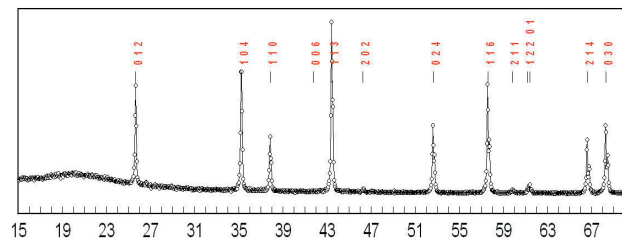
Отсутствие уширения линий свидетельствует об отсутствии при заметной пластической деформации. Но в то же время при анализе рентгеновских спектров следует обратить внимание на следующее.



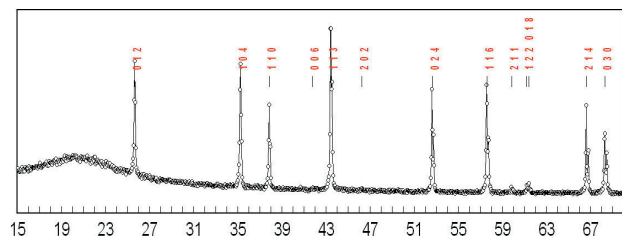
а



б



в



г

Рис. 1. Фрагменты рентгеновских спектров образцов сапфира: а — исходный образец; образцы после р,Т-обработки в оболочке из пирофиллита (б — $T = 2000$ К, $p = 7,7$ ГПа, время 60 с; в — $T = 1700$ К, $p = 6,5$ ГПа, время 240 с); г — образец после р,Т-обработки в оболочке из гидрида титана ($T = 1800$ К, $p = 6,5$ ГПа, время 300 с)

Во-первых, как мы видим из рис. 1, в результате р,Т-обработки при максимальных параметрах (рис. 1, б), а также в среде гидрида титана (рис. 1, г) гало на малых

углах ($2\theta = 15-25^\circ$) становится более выраженным, в то же время при увеличении времени р,Т-обработки оно практически исчезает (рис. 1, в). Это может означать, что условия р,Т-обработки оказывают влияние на формирование дефектной структуры сапфира, а также блочность образца.

Во-вторых, мы видим, что в зависимости от вида р,Т-обработки меняется соотношение интенсивностей наблюдаемых пар пиков (например, пики 104 и 110 или 214 и 030).

Как известно, определение атомной структуры основано на анализе интенсивностей дифракционных максимумов. В общем случае интегральная интенсивность дифракционных отражений является функцией многих переменных [9]:

$$I = K \cdot L_p \cdot P \cdot |F(hkl)|^2 \cdot A \cdot \varepsilon \cdot T,$$

где K — коэффициент пропорциональности; L_p — фактор поляризации Лоренца; P — фактор повторяемости; $F(hkl)$ — структурная амплитуда; A — атомный фактор (фактор поглощения); ε — экстинкция; T — фактор текстуры. Формула для структурной амплитуды содержит фактор атомного рассеяния с учетом тепловых колебаний (температурной поправки).

Таким образом, изменение соотношения между пиками может указывать на изменение положения отдельных атомов в структуре монокристалла сапфира, т. е. под воздействием высоких давлений и температур происходит изменение взаимного расположения атомов в его элементарной ячейке.

В табл. 2 приведены сравнительные данные элементного анализа исходного образца сапфира и образца, подвергнутого р,Т-обработке в среде гидрида титана.

Таблица 2

Элементный состав исходного и после р,Т-обработки образцов сапфира

Образец	Элементный состав, %				Итого, %
	С	О	Al	Другие элементы	
исходный	6,02	46,91	47,07	-	100
После р,Т-обработки	13,57	49,06	37,26	0,12	100

На отдельных участках поверхности, как исходного, так и прошедшего обработку образцов зафиксировано присутствие следующих элементов — Si, S, Cl, Ca, Zn. Их присутствие является следствием попадания посторонних примесей на поверхность образцов в процессе обработки. Легирования образца титаном или водородом (его соединениями) не зафиксировано. В то же время, по всей вероятности, имеет место легирование углеродом.

Для оценки влияния р,Т-обработки на физико-механические свойства были испытаны на твердость исходный и после р,Т-обработки образцы сапфира.

Установлено, что твердость исходного образца составляла 22,5–23,2 ГПа, а после р,Т-обработки — 19,3–21,0 ГПа. Некоторое снижение твердость свя-

зано, по-видимому, с тем, что при р,Т-обработке не была обеспечена достаточная гидростатичность, что привело к увеличению напряженного состояния образца и образованию в нем трещин. Причина может заключаться также в том, что, как было показано в [10], термообработка сапфира не приводит к увеличению сжимающих и сдвиговых напряжений, но увеличивает максимальные растягивающие напряжения, которые не благоприятны для хрупких материалов.

4. Выводы

1. Установлено, что р,Т-обработка монокристалла сапфира оказывает влияние на его блочность, структуру дефектов, взаимное расположения атомов в его элементарной ячейке.

2. Указанные режимы обработки недостаточны для обеспечения легирования титаном монокристалла сапфира, но, по всей вероятности идет легирование углеродом.

3. Для обеспечения направленного изменения структуры и свойств монокристалла сапфира в процессе его деформации под давлением необходимо, во-первых, увеличение продолжительности р,Т-обработки, во-вторых, подбор среды обеспечивающей условие гидростатичности на протяжении всего цикла обработки.

Литература

- Литвинов Л. А. Сапфировые медицинские имплантаты // Изв. АН СССР. Сер. физ. – 1988. – 52, № 10. – С. 19–11–1913.
- Твердые тела под высоким давлением / Под ред. В. Пол, Д. Варшауэр. – М.: Мир, 1966. – 524 с.
- Упрочнение материалов методами гидропрессования / Волков К. В., Капустин А. И., Спусканюк В. З., Черный Ю. Ф. – К.: Наук. думка, 1991. – 196 с.
- Khvostantsev L.G., Vereshchagin L.F. & Novikov, A.P. Device of toroid type for high pressure generation. // High Temp. High Press, 9, 637 (1977).
- М88 УССР ИСМ 25-79. Методика определения давления для спекания «карбонита» в камере высокого давления. – К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1979. – 11 с.
- Методика измерения температуры в камере высокого давления типа «наковален» с углублениями. – К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1974. – 36 с.
- Центр колективного користування науковими приладами (ЦККП) „Скануюча електронна мікроскопія і мікроаналіз (СЕММА) [Электронный ресурс] – <http://www.ism.kiev.ua/site/tools/russ/center2.html>.
- Глазов В. М., Вигдорович В. Н. Микротвердость металлов и полупроводников – М.: Металлургия, 1969. – 248 с.
- Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа химических соединений– М.: Высшая школа. 1982. – 151 с.
- The effect of thermal shocks on the stress in a sapphire wafer / T. Vodenitcharova, L. C. Zhang, I. Zarudi at al. // IEEE Transactions on semiconductor manufacturing, 19, 449 (2006).